

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
計量標準総合センター 標準物質認証書

認証標準物質

NMIJ CRM 5204-b  
No. +++

極薄シリコン酸化膜

Ultrathin Silicon Dioxide Film

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009 および ISO/IEC 17025:2005 に適合するマネジメントシステムに基づき生産された極薄シリコン酸化膜であり、深さ方向分析や膜厚計測を行う装置の校正や精度管理、妥当性評価に用いることができる。

**【認証値】**

本標準物質の認証値は以下の通りである。認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数  $k=2$  から決定された拡張不確かさであり、約 95 % の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。

物質名	CAS	認証値 膜厚 (nm)	拡張不確かさ 膜厚 (nm)
シリコン酸化膜	7631-86-9	3.26	0.42

**【認証値の決定方法】**

本標準物質の認証値は、X線反射率法によって求めたものである。

**【計量計測トレーサビリティ】**

本標準物質の認証値は、CODATA の推奨値に基づく X 線波長と校正された角度を基準に値付けされており、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

**【有効期間】**

本標準物質が下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から 6 ヶ月間有効である。

**【形状等】**

本標準物質は一辺約 15 mm の正方形の薄片であり、ふっ素樹脂製の容器内で超純水中に保管され、アルミニウムラミネート袋に密封されている。

**【均質性】**

一枚のウエハから切出された 47 個の試料からランダムに 7 個取り出し X 線反射率法で膜厚評価を行い、得られた膜厚をもとに均質性を評価した。評価した均質性に起因する不確かさは、認証値の不確かさに含まれており、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

**【保存に関する注意事項】**

本標準物質は到着後、10 °C 以下の清浄な場所に保存すること。凍結はさせないこと。また、保管容器内の超純水は 1 月に 1 回程度入れ替えることが望ましい。

**【使用に関する注意事項】**

本標準物質の認証値は、試料全体を代表する値である。使用する装置の測定領域が試料と比較して小さい場合、

複数の位置を測定し、その平均値を使用すること。

**【取り扱いにおける注意事項】**

試料取り扱い時には、試料の汚染を防ぐため手袋や清浄なピンセット等を使用し、安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

**【製造方法等】**

本標準物質は、高濃度オゾン酸化法により作製された。製膜を直径 200 mm Si (100) 基板（1 Ω cm、B ドープ）上に行った後、切断された。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は黒河明、生産責任者、値付け担当者は東康史である。

**【情報の入手】**

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

**【認証書の複製について】**

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

2015年4月1日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
理事長 中鉢 良治

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター  
計量標準普及センター 標準物質認証管理室  
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://www.nmij.jp/service/C/>

改訂履歴

2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

# 極薄シリコン酸化膜標準物質の使用と保管に関する補足資料

## 一般的事項

試料は超純水中に保管され大気と遮蔽されている。これは大気中の吸着汚染ガス成分が試料表面に付着し膜厚の測定に妨げになる場合があるためである。このため、標準物質使用に際しては、最表面の汚染に対して十分考慮する必要がある。特に、

- ・試料表面に付着した水をエアージェット等で吹き飛ばすと大気を巻きこんで汚染が直ちに始まる場合がある。
- ・大気中での測定方法(エリプソ分光法、X線反射率法など)では、時々刻々膜厚測定値が増大する場合がある。また湿度による影響を受ける場合がある。この場合、経時変化を測定し汚染ゼロ点に補外する等の考慮が必要である。
- ・試料の測定にあたり、真空中で実施される分析方法(X線光電子分光法、オージェ電子分光法、ラザフォード後方散乱分析法など)では試料表面が濡れたまま真空排気することが望ましい。

## 試料の取り出しに際して

ピンセット等の器具は事前に十分洗浄すること。クリーンブース等できるだけ清浄な環境で試料を取り出すこと。

## 測定後の試料の戻し方

測定後の試料は、直ちに超純水中に戻すことが望ましい。また、容器内に汚染源を混入させないためにも、できるだけ清浄な環境で試料を戻すこと。

## 試料の保証期間と保管方法

ふっ素樹脂容器から溶出する僅かなふっ化物イオンのエッチング作用によって僅かに膜厚が減少することが明らかになっている。この膜厚の減少は認証値の不確かさとして考慮されている。本標準物質の有効期限は、認証書に記載されている条件の下、出荷日から6ヵ月である。超純水中のふっ化物イオンの濃度の上昇を抑えるため、標準物質は10℃以下で保管し、純水は1月に1回程度入れ替える事が望ましい。

## 表面汚染の判断

清浄な試料は親水性を示す。試料を大気中の空気にさらして試料表面が汚染されると、超純水に対しては疎水性を示す場合があることが確認されている。はっ水性を示しはじめたときの吸着汚染層の厚さは、sub-nm程度である。ここでははっ水性を示すようになる汚染層の厚さは吸着ガスの種類に依存する可能性がある。表面汚染が測定に与える影響は、測定手法によって異なるので、使用できなくなる表面汚染層の厚さは測定手法ごとに判断が必要である。

## 表面汚染が生じた場合

表面汚染が生じた試料は洗浄によって親水性を回復する場合がある。有効な洗浄方法としては、オープン水洗浄、紫外線光/オゾンガス洗浄がある。